SNI

SNI 06-3270-1994

Standar Nasional Indonesia

Dikloro difenil trikloroetana (DDT) teknis

ICS 71.080.10

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

DIKLORO DIFENIL TRIKLOROETANA TEKNIS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan Dikloro difenil trikloroetana.

2. DEFINISI

Dikloro difenil trikloroetana (DDT) teknis adalah serbuk, Serpih atau butiran berwarna putih sampai krem yang dipergunakan sebagai bahan aktif insektisida, komponen utama p-p' DDT dengan rumus empiris $C_{14}H_9Cl_5$.

3. SYARAT MUTU

Syarat mutu dikloro difenil trikloroetana (DDT) teknis ditetapkan seperti pada tabel dibawah ini :

Tabel

Syarat Mutu

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	„ Setting point "	^oC	min. 89
2.	Jumlah klor organik, % b/b		49,0 - 51,0
3.	Klor yang dapat dihidrolisa, % b/b		9,5 - 11,5
4.	p - p' DDT, % b/b		min. 70
5.	Titik leleh p-p' isomer	^oC	min. 104
6.	Klor hidrat, % b/b		maks. 0,025
7.	Keasaman (dihitung sebagai H_2SO_4)		maks. 0,3
8.	Padatan yang tidak larut dalam aseton, % b/b		maks. 1,0
9.	Air, % b/b		maks. 1,0

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SII. 0426 - 81, Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan, dengan memperhatikan persyaratan keamanan.

5. CARA UJI

5.1. " Setting point "

5.1.1. Prinsip

Pengamatan suhu pada saat contoh yang sudah dicairkan me - madat kembali.

5.1.2. Peralatan

- Tabung didih
- Termometer 100°C
- Termometer skala 0,1°C
- Pengaduk logam
- Gelas piala
- Penagas air

5.1.3. Prosedur

Tempatkan dalam tabung didih dengan diameter 2,5 cm. Sejumlah contoh (± 30 g) yang jika mencair tinggi cairannya ± 7,5 cm. Cairkan hati-hati dengan mencelupkan tabung pada kedalaman 10 cm dalam penagas air pada maksimum suhu 100 °C. Sumbat tabung didih dengan gabus dan masukkan dalam tabung didih dengan diameter 4 cm. Kemudian kedua tabung dicelupkan dalam penagas air pada kedalaman 10 cm dan pertahankan pada suhu ± 70 °C. Taruh pada bagian dalam tabung logam pengaduk dan termometer dengan skala 0,1 °C ditengah tabung, bola termometer berada pada 2,5 dari dasar tabung. Gerakkan pengaduk ke atas dan ke bawah dengan kecepatan ± 2 x/sekon, sampai zat tersebut mulai memadat, pada suhu ini aduk kuat-kuat sampai zat tersebut memadat pada din - ding tabung.

Hentikan pengaduk jika zat tersebut sudah mulai memadat pada dinding tabung.

Catatlah suhu tertinggi sebagai " Setting point ".

5.2. Klor organik jumlah

5.2.1. Prinsip

Dektruksikan klor organik menjadi garam anorganik oleh logam natrium.

5.2.2. Pereaksi

- Benzena murni bebas klorin, bebas Tiopen
- HNO_3 50 %
- Indikator logam Na, PP
- Isopropanal 50 % dan 90 %
- Larutan 0,1 N $AgNO_3$
- Ferri alumunium sulfat 10 %
- Larutan KCNS 0,1 N
- Aseton

5.2.3. Peralatan

- Neraca analitik dan gelas arloji
- Labu ukur 250 ml
- Pipet ukur
- Labu didih 250 ml dengan pendingin tegaknya
- Buret

5.2.4. Prosedur

5.2.4.1. Penentuan klor jumlah

Timbang dengan teliti 1 g contoh pindahkan kelabu ukur 250 ml, tambahkan 10 ml benzena (bebas Cl_2 dan bebas tiopen) untuk melarutkan contoh, tepatkan sampai tanda garis dengan iso propanol 99 %. Pipet 25 ml larutan ini ke dalam labu didih 250 ml, tambahkan 2,5 g logam Na, dalam bentuk potong-potongan kecil, dihubungkan dengan pendingin tegak dan didihkan untuk sekurang-kurangnya 1 jam dengan kadang-kadang dikocok. Untuk menghilangkan kelebihan logam Na dengan menambahkan tetes 10 ml larutan 10 ml larutan iso propanol 50 %. Didihkan encerkan dengan 60 ml air suling. Dinginkan, tambahkan 2 - 3 tetes indikator fenolpthalein, netralkan dengan penambahan tetes demi tetes larutan HNO_3 50 %, tambahkan 10 ml HNO_3 50 % berlebih.

Dinginkan kalau perlu tambahkan larutan 0,1 N $AgNO_3$ sampai sedikit berlebihan, tambahkan 3 ml benzena murni dan 5 ml larutan ferricalum, kocok kuat-kuat untuk mengkoagulasikan endapan. Saring dengan kertas saring whatman no. 40.
Titar kelebihan perak nitrat dalam hasil saringan dengan larutan 0,1 N KCNS. Hitung jumlah perak nitrat yang dipergunakan untuk mengendapkan ion Cl^- sebagai AgCl dari perak nitrat yang ditambahkan. Hitung jumlah $AgNO_3$, yang untuk mengendapkan Cl sebagai Cl jenuh (V_1) Kerjakan blanko dengan memakai 5 ml larutan 0,1 N $AgNO_3$.

5.2.4.2. Klor anorganik

Timbang dengan teliti 1 g contoh larutkan dalam 10 ml aseton dan tambahkan 100 ml air suling. Biarkan pada suhu kamar untuk selama 10 menit dan kemudian saring.
Asamkan hasil saringan dengan HNO_3 50 % dan kerjakan selanjutnya seperti pada 5.2.

Perhitungan :

$$\text{Klor organik jumlah, \% b/b} = \left\langle \frac{V_1 \times f}{W_1} - \frac{V_2}{W_2} \right\rangle \times N + 35,46 \times 100$$

V_1 = Volume perak nitrat untuk klor jumlah, ml
V_2 = Volume perak nitrat untuk klor anorganik, ml
W_1 = Bobot contoh untuk penentuan klor jumlah, mg
W_2 = Bobot contoh untuk penentuan klor anorganik, mg
35,46 = Berat setara Cl.

5.3. Klor yang Dapat Dihidrolisa

5.3.1. Prinsip

Dapat terhidrolisanya satu atom Cl dalam DDT oleh basa kuat.

5.3.2. Pereaksi

- Aseton
- 0,1 N KOH dalam alkohol
- 2 N HNO_3
- 0,1 N $AgNO_3$
- Larutan KCNS

- Air suling
- HNO_3 50 %
- Ferri aluminium sulfat (tawas) 10 %

5.3.4. Cara kerja

5.3.4.1. Penentuan klor yang dapat dihidrolisa dan klor anorganik

Timbang dengan teliti 0,5 g contoh masukkan ke dalam labu 250 ml tambahkan 50 ml aseton 20 ml larutan 0,1 N KOH dalam alkohol. Biarkan pada suhu kamar selama 15 menit dan tambahkan 50 ml air suling. Tambahkan 20 ml HNO_3 2 N, dan 25 ml $AgNO_3$ 0,1 N dengan pipet, koagulasikan endapan AgCl dengan memanaskan labu ukur pada penangas air selama 30 menit, sambil sering dikocok. Dinginkan, saring endapan AgCl memakai kertas saring whatman no. 40 cuci dengan air suling. Tambah 5 ml larutan besi alum sulfat (tawas) 10 % ke dalam hasil saring titar kelebihan perak nitrat dalam larutan tersebut dengan 0,1 N larutan KCNS.
Hitung jumlah larutan $AgNO_3$ 0,1 N yang dipakai untuk mengendapkan AgCl. Kerjakan penetapan blanko dengan 5 ml $AgNO_3$ 0,1 N.

5.3.4.2. Klor anorganik

Timbang dengan teliti 1 g contoh larutkan dalam 10 ml aseton dan tambahkan 100 ml air suling. Biarkan pada suhu kamar selama 10 menit kemudian saring.
Asamkan hasil saringan dengan larutan HNO_3 50 % tambahkan 25 ml larutan 0,1 N AgCl lanjutkan tahap berikutnya seperti pada 5.2.4.1.

Perhitungan :

Klor yang dapat dihidrolisa, % b/b

$$\left\langle \frac{V_1}{W_1} - \frac{V_2}{W_2} \right\rangle \times N \times 35,46$$

N = Normalitas $AgNO_3$

35,46 = Berat setara klorida

V_1 = Volume larutan 0,1 N $AgNO_3$ untuk klor yang dapat dihidrolisa, ml

V_2 = Volume larutan 0,1 N $AgNO_3$ untuk klor anorganik, ml

M_1 = Berat contoh untuk penentuan klor anorganik yang dapat dihidrolisa, mg

M_2 = Berat contoh untuk penentuan klor anorganik, mg

5.4. p - p' D D T

5.4.1. Prinsip

Mengendapkan p - p' D D T dalam larutan alkohol 75 % dingin.

5.4.2. Pereaksi

- Alkohol 75 %
- p - p' D D T murni
- Larutan jenuh p - p' DDT

5.4.3. Peralatan

- Neraca analitik
- Labu ukur 250 - 300 ml dilengkapi pendingin tegak
- Penangas air
- Cawan Gooch
- Alat pemanas listrik

5.4.4. Prosedur

Timbang teliti 2 g contoh (W_1) masukkan ke dalam labu 250 - 300 ml yang dilengkapi dengan pendingin tegak tambahkan 150 ml larutan jenuh p - p' DDT dalam alkohol 75 % panaskan hingga larutan bercampur sempurna. Tutup labu dan biarkan menjadi dingin, pada tahap ini p - p' DDT akan mengkristal, jika ada zat seperti minyak yang terpisah, larutkan lagi dengan Memanaskannya di bawah pendingin tegak jika perlu tambahkan kristal p - p' DDT selama proses pendingin berikutnya. Tempatkan labu dalam penangas air dengan suhu tetap 26 - 30°C selama 4 jam, dengan kadang-kadang dikocok. Saring kristalnya dengan penghisap cawan Gooch yang dialasi dengan kertas saring dibawahnya. Keringkan cawan dengan isi sampai berat tetap pada suhu 70 - 80°C, dinginkan, dan timbang (W_2). Hitung kandungan p - p' DDT dengan menambahkan faktor koreksi sebesar 1,4 %.

Perhitungan :

$$\text{Kadar p - p' D D T, \% b/b} = \left(\frac{W_2}{W_1} \times 100\right) \times 1,4$$

W_1 = Berat contoh, gram

W_2 = Berat endapan, gram

1,4 = Koreksi empiris untuk mendapatkan hasil yang mendekati ketelitian

5.5. Titik Leleh

5.5.1. Prinsip

Pengamatan suhu pada saat contoh yang di panaskan mulai meleleh.

5.5.2. Pereaksi

- Silika gel

5.5.3. Peralatan

- Desikator vakum
- Tabung kapiler
- Alat penguji titik leleh (Melting point apparatus)

5.5.4. Prosedur

Sebarkan sejumlah kecil contoh dalam lapisan yang tipis, keringkan dalam desikator vakum yang berisi silika gel selama 24 jam. Masukkan contoh kering ini dalam tabung kapiler, amati titik lelehnya dengan alat penguji titik leleh.

5.6. Kloral Hidrat

5.6.1. Prinsip

Terjadinya reaksi antara kloral hidrat dan piridin di dalam suasana basa kuat yang menimbulkan warna merah.

5.6.2. Pereaksi

- Larutan baku klor hidrat 5 mg/100 ml air suling
- Larutan 1 N NaOH
- Piridin tak berwarna

5.6.3. Peralatan

- Tabung reaksi
- Gelas ukur 100 ml
- Pipet ukur
- Erlenmeyer
- Penangas minyak

5.6.4. Prosedur

Masukkan kira-kira 20 g contoh dan 200 ml air suling bebas CO_2 dalam labu didih dasar bulat 500 ml yang dilengkapi dengan pengaduk. Panaskan dalam penangas minyak pada suhu antara 140°C - 160°C, suling campuran tersebut melalui kondensor, sehingga diperoleh 100 ml hasil sulingan dalam waktu tidak kurang dari 3 menit. Ambil 100 ml tepat hasil sulingan masukkan ke dalam tabung centrifuge dicentrifuge untuk memisahkan zat yang tidak larut.

Tempatkan 2 ml larutan NaOH 1 N ke dalam tabung reaksi, tambahkan 5 ml piridin dan 4 ml hasil sulingan. Pada tabung yang lain tempatkan 2 ml larutan NaOH 1 N, 1 ml piridin dan 4 ml larutan kloral hidrat. Kocok kedua tabung tersebut dan panaskan dalam penangas minyak selama 1 menit.

Warna merah yang timbul pada lapisan piridin dalam larutan contoh harus tidak lebih tua dari pada dalam larutan bahan.

5.7. Keasaman

5.7.1. Prinsip

Reaksi thrimetri dengan larutan basa

5.7.2. Pereaksi

- Aseton
- Air suling
- Larutan 0,02 N NaOH
- 0,1 % merah metil

5.7.3. Peralatan

- Neraca analitik gelas arloji
- Labu erlenmeyer
- Buret
- Corong

5.7.4. Prosedur

Timbang teliti 10 g contoh, larutkan dalam 25 ml aseton. Tambahkan 75 ml air suling. Titar segera dengan 0,02 N NaOH dengan merah metil sebagai indikator (a). Lakukan setiap blanko (b).

Perhitungan :

$$\text{Keasaman, \% b/b} = \frac{(a - b) \times N \times 49{,}004}{W} \times 100$$

a = Volume NaOH yang digunakan pada titrasi contoh, ml

b = Volume NaOH yang digunakan pada titrasi blanko, ml

N = Normalitas NaOH

49,004 = Bobot setara H_2SO_4

W = Berat contoh, mg

5.8. Padatan Yang Tidak Larut Dalam Aseton

5.8.1. Prinsip

Pertimbangan zat yang tak larut dalam aseton.

5.8.2. Pereaksi

- Aseton anhidrat

5.8.3. Peralatan

- Neraca analitik dan gelas arloji
- Labu didih 250 ml
- Alat pemanas listrik
- Cawan kaca masir G. 3
- Pendingin tegak

5.8.4. Prosedur

Timbang teliti kira-kira 10 g contoh (W_1) masukkan ke dalam labu 250 ml, tambahkan 150 ml aseton anhidrat panaskan di - bawah pendingin tegak hingga semua padatan larut. Saring larutan dengan kaca masir G. 3. Hasil saringan dicuci, keringkan pada 110°C selama 30 menit, dinginkan, timbang sampai berat tetap (W_2).

Perhitungan :

Padatan yang tidak larut dalam aseton, % b/b = $\frac{W_2}{W_1}$ X 100

W_1 = Berat contoh, gram

W_2 = Berat padatan, gram

5.9. Kadar Air

5.9.1. Prinsip

Pada suhu 105 - 110°C air di dalam contoh penguap yang dapat ditentukan dengan penimbangan.

5.9.2. Pereaksi

Ksilena kering (toluean kering)

5.9.3. Peralatan

- Alat penetapan kadar air Dean & Stark yang volume receiver-nya 2 ml
- Labu didih 250 ml

5.9.4. Prosedur

Timbang teliti 10 - 20 g contoh (W_1) kemudian masukkan ke-dalam labu didih 250 ml, tambahkan 100 ml ksilena kering hubungkan dengan alat penetapan kadar air Dean & Stark, sulingkan selama 2 jam. Usahakan tidak ada air yang menempel pada dinding tabung. Baca volume air yang tertampung.

Perhitungan :

Kadar air, % b/b = $\frac{V}{W}$ X 100

V = Volume air, ml

W = Berat contoh, gram

6. CARA PENGEMASAN

DDT dikemas dalam wadah yang tertutup baik, tidak bereaksi dengan isi, aman selama penyimpanan dan Transportasi.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada tabel harus dicantumkan nama produk, kadar p - p' DDT, berat berat bersih, tanda bahaya, nama, lambang dan alamat produsen dan ketentuan-ketentuan lain menurut W H O.

Syarat Mutu DDT Menurut Standar Malaysia *)

Property	Requirement
(a) Setting point	minimum 89°C
(b) Total Organic Chlorine	minimum 49,0
Content, percent by mass	maximum 51,0
(c) Hydrolysable Chlorine	minimum 9,5
Content, percent by mass	meximum 11,5
(d) p-p' - Isomer Content percent by mass	minimum 70,0
(e) Chloral Hydrate Content percent by mass	maximum 0,025
(f) Acidity (calculates as percent H_2SO_4 by mass)	maximum 0,3
(g) Acetone - insoluble matter, percent by mass	meximum 1,0
(h) Volatile substances percent by mass	meximum 1,0

*) Malaysian Standard (MS) 1.72 : 1976

Lampiran :

Standar DDT menurut WHO *)

1. Material

The material shall comprise essentially 1, 1, 1 - tri-chloro 2-2-bis (p-chlorophenyl) ethane and shall be in the form white or cream-coloured granules, flakes, or powder, free from extraneous empuriti-es or added modifying agents.

2. Chemical and physical requrements.

	minimum	maksimum
- Setting point	89°C	-
- Total organik chlorine content, % by weight	49,0	51,0
- Hydrolysable chlorine content, % by weight	95	11,5
- p.p^{1} Isomer content, % by weight	70,0	-
- Melting point of sepatated, p.p.^{1} isomer, % by weight	104°C	-
- Chloral hydrat wontent, % by weight	-	0,025
- Acidity(calculated as H_2SO_4), % by weight	-	0,3
- Solid material inscluble in aseton, % by weight	-	1,0
- Water content, % by weight	-	1,0

3. Packing and Marking of packages

The technical DDT shal be packed in suitable
Clean containers, as specified in the order.
All packages shall be bear, durably : u and legibly marked on the container, the following :

Manufacturer's name
Technical DDT to specifikation WHO/SIT/1.R$_4$.
p.p^{1} isomer content.
Batch or reference number and date of test.
Net weight of contents
And the following coutionnary notice :
"Keep well away from foodstuff animal feed, and their constainers,

*) World Helath Organization (1971), specifications for the pesticides used in public health. page 15 - 21.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id